

THE UNION OF SOVIET  
SOCIALIST REPUBLIC

(11) 802429

The British Library  
18 May 1981  
Science Reference Library

(51) M. Cl.<sup>3</sup>  
D 06 M 13/46

(53) UDK 677.862.512.1(088.8)

USSR STATE COMMITTEE OF  
INVENTION AND DISCOVERIES

## DESCRIPTION OF INVENTION TO AUTHORS CERTIFICATE

---

(61) Additional to authors certificate -

(22) Claimed 08.23.76 (21) 2397564/23-05  
with added claim No. -

(23) Priority -

Published 02.07.81. Bulletin No.5  
Date of description published 02.07.81

---

(72) Authors of U.Ja. Anuphrieva, Z.A. Rogovin, L.S. Sleykina,  
the invention L.S. German, M.I. Ljapunov, A.P. Kharchenko,  
G.S. Ismagilova and Zhetikova

(71) Applicant Moscow Red Banner of Labour Order  
Textile Institute

---

### (54) METHOD OF WATER-, OIL-REPELLING FINISHING OF HYDROXYL- AND AMINO-CONTAINING FIBROUS MATERIALS

The invention relates to the field of textile finishing production, in particular to the method of water-, oil-repelling finishing of textile materials.

Textile materials with water-, oil-repelling properties are widely used in production of protective work outfits for workers of oil refining and other industries as well as for upholstering, covers and packing products.

It is known a method of treatment textile materials with quaternary ammonium salts on a basis of pyridine for the purpose to impart them with oil-water-repelling properties [1]. But by treatment cellulose materials with these compounds occurs

- 2 -

-2-

emission of tertiary amines, that drastically deteriorate sanitary-hygienic working conditions and complicates the possibility of implementing this method.

possibility of implementing this method. Most close to this invention is a method to impart hydroxyl- and amine-containing textile materials with oil-, water-repelling properties is to treat them with 2-4% solution of fluorine-containing poly-2-methyl-5-vinylpyridine chloride, for example poly-[(2-perfluoroenanthylamino) ethyloxymethyl]-2-methyl-5-vinylpyridine chloride with following thermal treatment [2].

-vinylpyridine chloride with 1,2-dibromoethane. But this method does not impart high oil-, water-repelling properties to the indicated textile materials.

The goal of this invention is an improvement of water-, oil-repelling properties of modified textile materials. The set up goal is achieved by means, that as an alternative of fluorocarbonating poly-2-methyl-5-vinylpyridine chloride are used compositions selected from the group:

Poly-(1,3,5-trifluoromethyl-3,5-dioxaperfluorocapronylamino-ethyloxymethyl)-2-methyl-5-vinylpyridine chloride (1).

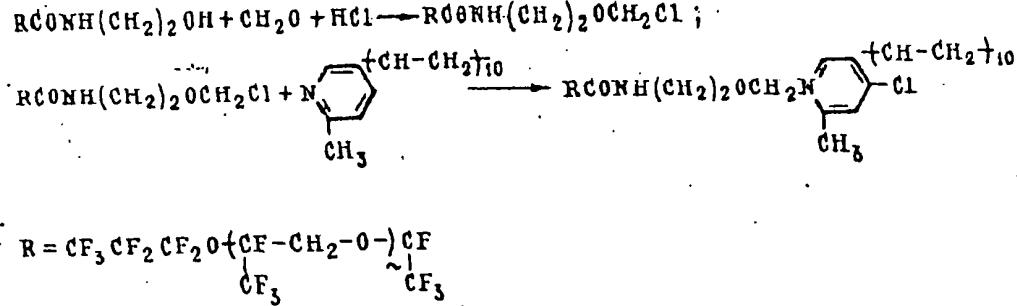
Poly-(1,3,5,7-tetrafluoromethyl-3,5,7-trioxaperfluorocapryl-2-methyl-5-vinylpyridine chloride) (2).

Poly-(1,3,5,7,9-pentafluoromethyl-3,5,7,9-tetraoxyperfluorocapryloylaminoethyloxymethyl)-2-methyl-5-vinylpyridine

chloride (3).  $\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{ClF}_7$  (3) is a colorless oil with a density of 1.666 g/cm<sup>3</sup> at 25°C.

Poly-(1,3,5,9,11,13-heptafluoromethyl-3,5,7,9,11,13-hexafluoroperfluoromyristinoylaminoethylloxymethyl)-2-methyl-5-vinylpyridine chloride (4), or mixture of them in the ratio of 0.5:0.5:1:1-1:1:0.5:0.5, correspondingly.

Indicated compounds are obtained as follows:



The yield of salts is of 65-80%. The salts introduce the crystal product, which is slightly colored and easily dissolved in water.

Water-protective properties of modified textile materials are determined with the use of penetrometer according to TUOCT 3816-61 (All-Union State Standard). The water-protective properties of the modified textile materials are

(All-Union State Standard). Oil-protective properties of the modified textile materials are determined by "3 M" method, consisting of coating the fabric with

drops of different liquids, differentiated by the values of surface tension, and the observation of drops conduct at the material surface. The soapy-sodium treatment are carried out according to F.O.C.T 3816-61.

The invention is illustrated with following examples.

EXAMPLE 1. Cotton, viscose-stample, wool, polycaproamide, mixed cotton-lavsan (Dacron) and viscose-lavsan fabrics are treated with 2.5% water solution of compounds (1) - (4) at 20°C within 1 min, pressed out between rolls up to 100% gained weight, dried out at 85°C up to 4% humidity within 5 min and warmed up within 12.5 min at 155°C. The contents of fluorine on the fabric after indicated treatment, oil-resistance and water-resistance are demonstrated in the Table 1.

EXAMPLE 2. Mixed viscose-lavsan fabric (67% viscose, 33% lavsan) is treated with 2.5% water solution of the mixture of compounds (1) - (4) in ratio (1):(2):(3):(4) - 0.5:0.5:1:1 at the conditions, shown in the Example 1. Contents of fluorine on the fabric after modification, oil-resistance and water-resistance are given in the Table 2.

Therefore, the present invention provides the obtaining of fabrics with high and stable oil-, water-repelling properties at wet treatments.

#### FORMULA OF INVENTION

Method of water-, oil-repelling finishing of hydroxyl- and amino-containing fibrous materials through their treatment with 2-4% water solution of fluoro-containing poly-2-methyl-5-vinylpyridine chloride with following after thermal treatment, is differentiated by the fact, that in order to an increase water-, oil-repellent properties for fluorocontaining poly-2-methyl-5-vinylpyridine chloride it is using compounf from group:

Poly-(1,3,5- trifluoromethyl-3,5-dioxaperfluorocapronyl-aminoethyloxymethyl)-2-methyl-5-vinylpyridine chloride.

Poly-(1,3,5,7-tetrafluoromethyl-3,5,7-trixaperfluorocapryloyl-aminoethyloxymethyl)-2-methyl-5-vinylpyridine chloride.

Poly-(1,3,5,7,9 - pentafluoromethyl-3,5,7,9-tetraoxypfluoro-caprinoylaminooethylmethy) -2-methyl-5-vinylpyridine chloride

Poly-(1,3,5,7,9,11,13 heptafluoromethyl-3,5,7,9,11,13 hexaoxy-perfluoromiristinoylaminooethyloxymethyl)-2-methyl-5-vinylpyridine chloride or their mixture in ratio 0.5:0.5:1:1 - 1:1:0.5:0.5, correspondingly.

Table 1

Type of the fabric	Content of fluorine on the fabric, %	Type of modifying salt							
		Salt (1)				Salt (2)			
		Oil- resistance, arbitrary unit	Water- resistance, mm H <sub>2</sub> O	Oil- resistance, arbitrary unit	Water- resistance mm H <sub>2</sub> O				
		Initi- ally	After 10 soap- sodium cleanings	Initi- ally	After 10 soap- sodium cleanings	Initi- ally	After 10 soap- sodium cleanings	Initi- ally	After 10 soap- sodium cleanings
Cotton	1.31	110	80	250	200	120	90	270	230
Viscose- -staple	1.29	120	90	265	210	120	90	285	250
Wool	1.33	110	80	245	200	120	90	280	230
Mixed cotton- -lavsan	1.30	120	90	250	215	120	90	290	255
Mixed viscose- -lavsan	1.29	120	90	255	220	120	90	285	230
polycap- -roamide	1.33	110	80	260	225	120	90	280	235
Viscose- -staple fabric, treated by known method	1.32	110	80	230	190				

Type of the fabric	Content of fluorine on the fabric, %	Type of modifying salt									
		Salt (3)					Salt (4)				
		Oil-resistance, arbitrary unit	Water-resistance, mm H <sub>2</sub> O	Oil-resistance, arbitrary unit	Water-resistance, mm H <sub>2</sub> O						
		Initi-ally	After 10 soap-sodium cleanings	Initi-ally	After 10 soap-sodium cleanings	Initi-ally	After 10 soap-sodium cleanings	Initi-ally	After 10 soap-sodium cleanings	Initi-ally	After 10 soap-sodium cleanings
Cotton	1.31	130	110	300	220	140	130	375	325		
Viscose-staple	1.33	130	110	320	255	140	120	380	335		
Wool	1.30	130	110	335	260	140	120	370	315		
Mixed cotton-lavsan	1.29	130	110	350	325	140	130	400	360		
Mixed viscose-lavsan	1.32	140	120	350	325	140	130	410	370		
polycap-roamide	1.29	130	110	345	300	140	120	400	350		

Table 2

Type of the fabric	Content of fluorine, %	Oil-resistance, arbitrary unit		Water-resistance, mm H <sub>2</sub> O	
		Initially	After 10 soap-sodium cleanings	Initially	After 10 soap-sodium cleanings
Viscose-lavsan (viscose 67%, lavsan 33%)	1.32	140	130	385	360

Sources of information taken into consideration at expertise

1. Author's certificate USSR No. 401152, cl. C 08 B 15/00, 1973
2. Author's certificate USSR No. 468527, cl. D 06 M 13/46, 1974  
(prototype)

Translator Mikhail Leyderman Tel. (952) 888-7304



Государственный комитет  
СССР  
по делам изобретений  
и открытий

# О П И САНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

## К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(1) 802429

THE BRITISH LIBRARY

18 MAY 1981

СИБИРСКАЯ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКАЯ  
(51) М. Кл.<sup>3</sup>

006 M 13/46

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 23.08.76 (21) 2397564/23-05

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.02.81, Бюллетень № 5

Дата опубликования описания 07.02.81

(53) УДК 677.862.  
512.1 (088.8)

(72) Авторы  
изобретения

Ю. Я. Ануфриева, З. А. Роговин, Л. С. Слёткина,  
Л. С. Герман, М. И. Ляпунов, А. П. Харченко,  
Г. С. Исмагилова и Т. Ф. Жетикова

(71) Заявитель

Московский ордена Трудового Красного Знамени  
текстильный институт

(54) СПОСОБ ВОДО-, МАСЛООТТАЛКИВАЮЩЕЙ  
ОТДЕЛКИ ГИДРОКСИЛ- И АМИНОСОДЕРЖАЩИХ  
ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

1

Изобретение относится к области текстильного отделочного производства, в частности к способу водо-масло-отталкивающей отделки текстильных материалов.

Текстильные материалы с водо-масло-отталкивающими свойствами находят широкое применение в качестве спецодежды для работников нефтеперерабатывающей и других отраслей промышленности, обивочных, чехольных и упаковочных изделий.

Известен способ обработки текстильных материалов с целью придания им масло-водоотталкивающих свойств четвертичными аммониевыми солями на основе пиридина [1]. Однако при обработке такими соединениями целлюлозных материалов происходит выделение третичных аминов, что резко ухудшает санитарно гигиенические условия труда и осложняет возможность промышленного внедрения указанного способа.

Наиболее близким к настоящему изобретению является способ придания гидроксил- и аминосодержащим текстильным материалам масло-, водоотталкивающих свойств обработкой их 2-4%-ным водным раствором фторсодержащего по-

ли-2-метил-5-винилпиридиний хлорида, например поли-[(2-перфторэнантоиламино) этилоксиметил]-2-метил-5-винилпиридиний хлорида, с последующей термообработкой [2]. Однако данный способ не придает указанным текстильным материалам высоких масло-, водоотталкивающих свойств.

5

Целью изобретения является повышение масло-, водоотталкивающих свойств модифицированных текстильных материалов. Поставленная цель достигается за счет того, что в качестве фторсодержащего поли-2-метил-5-винилпиридиний хлорида используют соединения, выбранные из группы:

10

Поли-(1,3,5-трифторметил-3,5-диоксаперфторкарбониламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид (1),

20

Поли-(1,3,5,7-тетрафторметил-3,5,7-триоксаперфторкарбониламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид (2),

25

Поли-(1,3,5,7,9-пентафторметил-3,5,7,9-тетраоксиперфторкарбониламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид (3),

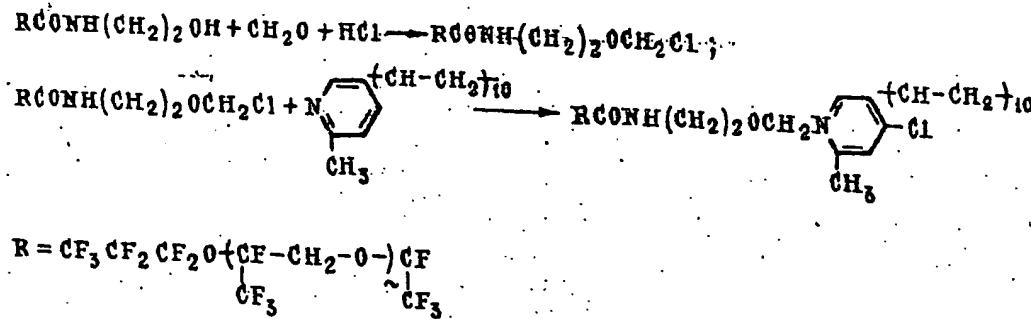
2

30

Поли-(1,3,5,7,9,11,13-гептафтор-метил-3,5,7,9,11,13-гексаоксиперфтормиристиноиламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид (4), или их смесь в соотношении 0,5:

0,5:1:1 - 1:1:0,5:0,5, соответственно.

Указанные соединения получают по следующей схеме:



Выход солей составляет 65-80%. Соединения представляют собой слегка окрашенные кристаллические продукты, растворимые в воде.

Водозащитные свойства модифицированных текстильных материалов определяют на пенетрометре по ГОСТ 3816-61. Маслозащитные свойства определяют по методике "ЗМ", заключающейся в нанесении на ткань капель различных жидкостей, отличающихся величиной поверхностного натяжения, и наблюдении за их поведением на поверхности материала. Мыльно-содовые обработки проводят по ГОСТ 3816-61.

Изобретение иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1. Хлопчатобумажную, вискозную штапельную, шерстяную, поликацетамидную, смешанные хлопко-лавсановую и вискозно-лавсановую ткани обрабатывают 2,5%-ным водным раствором соединений (1) - (4) при 20°C

в течение 1 мин, отжимают между ватными до 100% привеса, высушивают при 85°C в течение 5 мин до влажности 4% и прогревают в течение 12,5 мин при 155°C.

Содержание фтора на ткани после указанной обработки, маслостойкость и водоупорность приведены в табл. 1.

Пример 2. Смешанную вискозно-лавсановую ткань (67% вискозы, 33% лавсана) обрабатывают 2,5%-ным водным раствором смеси соединений (1) - (4) в соотношении (1):(2):(3):(4) = 0,5:0,5:1:1 в условиях, указанных в примере 1. Содержание фтора на ткани после модификации, маслостойкость и водоупорность приведены в табл. 2.

Таким образом, настоящее изобретение обеспечивает получение тканей с высокими и устойчивыми к мокрым обработкам масло-, водоотталкивающими свойствами.

Таблица 1

Тип ткани	Тип модифицирующей соли								
	Соль (1)		Соль (2)		Маслостойкость, мм Н <sub>2</sub> О				
Маслостойкость, усл. ед.	Водостойкость, мм Н <sub>2</sub> О	Маслостойкость, усл. ед.	Водостойкость, мм Н <sub>2</sub> О	после первона- чальная	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок			
после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок	после первона- чальная 10 мы- льно- содо- вых стирок			
Хлопчатобумажная	1,31	110	80	250	200	120	90	270	230
Вискозная штапельная	1,29	120	90	265	210	120	90	285	250
Шерстяная	1,33	110	80	245	200	120	90	280	230
Смешанная хлопко- лавсановая	1,30	120	90	250	215	120	90	290	255
Смешанная вискозно- лавсановая	1,29	120	90	255	220	120	90	285	230
Поликарбонатная	1,33	110	80	260	225	120	90	280	235
Вискозная штапельная ткань, обработанная по известному способу	1,32	110	80	230	190				

# СПАСЕНИЕ ПОДАЧИ СЫРЬЯ

Продолжение табл. 1

№	Тип ткани	Тип модифицирующей соли		Соль (3)	Соль (4)
		Маслостойкость, усл. ед.	Водостойкость, мм Н <sub>2</sub> О		
1,31	Хлопчатобумажная	130	110	300	220
1,33	Вискозная шапельная	130	110	320	255
1,30	Шерстяная	130	110	335	260
1,29	Смешанная хлопко-лавсановая	130	110	350	325
1,32	Смешанная вискозно-лавсановая	140	120	350	325
1,29	Поликарбонидная	130	110	345	300

Хлопчатобумажная	1,31	130	110	300	220	140	130	130	130	375	325
Вискозная шапельная	1,33	130	110	320	255	140	120	120	120	380	335
Шерстяная	1,30	130	110	335	260	140	120	120	120	370	315
Смешанная хлопко-лавсановая	1,29	130	110	350	325	140	130	130	130	400	360
Смешанная вискозно-лавсановая	1,32	140	120	350	325	140	130	130	130	410	370
Поликарбонидная	1,29	130	110	345	300	140	120	120	120	400	350

Таблица 2

Тип ткани	Содержание фтора, %	Маслостойкость, усл. ед.		Водостойкость, мм Н <sub>2</sub> О	после 10 мытьев
		после 10 мытьев	после 10 мытьев		
Вискозно-лавсановая (67% вискозы, 33% лавсана)	1,32	140	140	130	385

360

## Формула изобретения

Способ водо-, маслоотталкивающей отделки гидроксил- и аминосодержащих волокнистых материалов обработкой их 2-4%-ным водным раствором фторсодержащего поли-2-метил-5-винилпиридиний хлорида с последующей термообработкой, о т л и ч а ю щ и й - ся тем, что, с целью повышения водо-, маслоотталкивающих свойств, в качестве фторсодержащего поли-2-метил-5-винилпиридиний хлорида используют соединение, выбранное из группы:

Поли-(1,3,5-трифторметил-3,5-диоксаперфторкарбониламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид.

Поли-(1,3,5,7-тетрафторметил-3,5,7-триксаперфторкарбониламиноэти-

локсиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид.

Поли-(1,3,5,7,9-пентафторметил-3,5,7,9-тетраоксиперфторкарбониламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид.

Поли-(1,3,5,7,9,11,13-гептафторметил-3,5,7,9,11,13-гексаоксиперфтормиристиноламиноэтилоксиметил)-2-метил-5-винилпиридиний хлорид или их смесь в соотношении 0,5: 0,5:1:1:1:1:0,5:0,5, соответственно.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 401152, кл. С 08 В 15/00, 1973.

2. Авторское свидетельство СССР № 468527, кл. Б 06 М 13/46, 1974 (прототип).

Редактор П. Горькова

Составитель Ю. Ануфриева  
Техред Е. Гаврилешко

Корректор Ю. Макаренко

Заказ 10547/35

Тираж 496

Подписьное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5.

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4